



REPÚBLICA FEDERATIVA DO BRASIL



Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

CARTA PATENTE N.º PI 0406568-9

Patente de Invenção

O INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL concede a presente PATENTE, que outorga ao seu titular a propriedade da invenção caracterizada neste título, em todo o território nacional, garantindo os direitos dela decorrentes, previstos na legislação em vigor.

(21) Número do Depósito : PI 0406568-9

(22) Data do Depósito : 16/01/2004

(43) Data da Publicação do Pedido : 12/08/2004

(51) Classificação Internacional : C09B 67/00; C09B 41/00; C09D 11/00

(30) Prioridade Unionista : 17/01/2003 US 60/440.731

(54) Título : MÉTODO PARA PREPARAR UMA DISPERSÃO AQUOSA DE PIGMENTO COLORIDO E COMPOSIÇÃO DE TINTA PARA IMPRESSORA A JATO DE TINTA

(73) Titular : CABOT CORPORATION, Sociedade Norte Americana. Endereço: Two Seaport Lane, Suite 1300 Boston 02210-2019 MA, Estados Unidos (US).

(72) Inventor : ALEXANDER I. SHAKHNOVICH. Endereço: 51 1/2 S. Chelmsford Road Westford MA 01886, Estados Unidos.

Prazo de Validade : 10 (dez) anos contados a partir de 29/10/2014, observadas as condições legais.

Expedida em : 29 de Outubro de 2014.

Assinado digitalmente por
Júlio César Castelo Branco Reis Moreira
Diretor de Patentes



MÉTODO PARA PREPARAR UMA DISPERSÃO AQUOSA DE PIGMENTO
COLORIDO E COMPOSIÇÃO DE TINTA PARA IMPRESSORA A JATO DE
TINTA

ANTECEDENTES DA INVENÇÃO

5 1. Campo da Invenção

A presente invenção se refere a métodos para preparar dispersões aquosas de pigmento colorido. Composições de tinta para impressoras a jato de tinta também são divulgadas.

10 2. Descrição da Técnica Relacionada

Em geral, pigmentos sozinhos não são prontamente dispersíveis em veículos líquidos. Uma variedade de técnicas têm sido desenvolvidas, as quais podem proporcionar dispersões de pigmento estáveis. Por exemplo, dispersantes podem ser adicionados ao pigmento para aperfeiçoar sua dispersibilidade em um meio particular. Exemplos de dispersantes para um meio aquoso incluem polímeros solúveis em água e tenso-ativos.

Dispersões de pigmento colorido têm sido preparadas usando dispersantes tendo uma unidade estrutural similar, se não idêntica, à unidade química do pigmento colorido. Por exemplo, a GB 2356866 divulga um composto bis-azo derivado de (carboxi/sulfo)-anilinas diazotizadas e 1,4-bis(acetoacetamido)fenilenos e seu uso em pigmento e composições de tinta. Foi verificado que esses materiais são particularmente úteis em combinação com pigmentos amarelo ou laranja tendo a estrutura quase idêntica. A GB 2356634 descreve compostos mono-azo muito similares para o mesmo uso. A GB2364322 descreve N-(sulfofenil)-alfa-(2-metoxi-4-nitrofenilazo)acetamidas para uso com pigmentos⁴

20
25
30

monoazo, particularmente pigmentos amarelos.

Esses dispersantes de pigmento colorido são preparados pela adição de um sal de diazônio (o componente diazo) com um composto capaz de reagir com um sal de diazônio (o
5 componente de acoplamento azo). Uma vez preparado, o dispersante resultante é, então, adicionado, sob condições específicas, ao pigmento colorido a fim de formar uma dispersão de pigmento colorido.

Outros métodos de controle da dispersibilidade de
10 pigmentos coloridos também são conhecidos. Por exemplo, o Pedido de Patente Internacional No. WO00/26304 divulga a preparação de um inibidor de crescimento de cristais, que controla a quantidade de cristalinidade desenvolvida durante o processo de preparação de um pigmento colorido e
15 impede a recristalização de pigmentos dispersos. O inibidor de crescimento de cristais é preparado usando um processo similar ao processo conhecido para a preparação do pigmento (por exemplo, pela reação de um sal de diazônio com um agente de acoplamento azo) e também pode ser preparado in
20 situ, durante a preparação do pigmento colorido. Também, na Patente norte-americana No. 6.451.103, derivados de pigmentos solúveis em água, que são pigmentos ainda substituídos com um grupo funcional ácido ou sal, são usados para preparar dispersões aquosas daquele pigmento
25 específico. Tintas para impressoras a jato de tinta também são divulgadas.

Pigmentos coloridos modificados também têm sido desenvolvidos, os quais proporcionam composições de tinta com propriedades aperfeiçoadas, tais como dispersibilidade.
30 Por exemplo, a patente norte-americana No. 5.851.280

divulga métodos para a fixação de grupos orgânicos nos pigmentos, incluindo, por exemplo, a fixação através de uma reação de diazônio em que o grupo orgânico é parte do sal de diazônio. Os pigmentos de superfície modificada
5 resultantes podem ser usados em uma variedade de aplicações, tais como tintas, tintas para impressoras a jato de tinta, revestimentos, toners, plásticos, borrachas e semelhantes.

A Publicação Internacional de PCT No. WO 01/51566
10 descreve um método de fabricação de um pigmento modificado através da reação de um primeiro grupo químico e um segundo grupo químico para formar um pigmento tendo anexado um terceiro grupo químico. O primeiro grupo químico inclui pelo menos um nucleófilo e o segundo grupo químico inclui
15 pelo menos um eletrófilo ou vice-versa. Esses pigmentos são usados em composições de tinta e, em particular, composições de tinta para impressoras a jato de tinta.

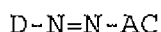
Embora esses esforços proporcionem pigmentos modificados com propriedades aperfeiçoadas e, em
20 particular, dispersibilidade aperfeiçoada, permanece uma necessidade de métodos de preparação de dispersões aquosas de pigmento colorido e composições de tinta para impressoras a jato de tinta.

SUMÁRIO DA INVENÇÃO

25 A presente invenção se refere a um método de preparação de uma dispersão aquosa de pigmento colorido compreendendo a etapa de combinação, em qualquer ordem, a) um pigmento colorido, b) um acoplador azo, c) uma amina aromática, d) um agente de diazotação e e) um meio aquoso,
30 em que a amina aromática compreende pelo menos um grupo

iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos um grupo iônico e pelo menos um grupo ionizável. Combinações específicas de etapas bem como combinações específicas de a) - e) são divulgadas.

- 5 A presente invenção ainda se refere a uma composição de tintas para impressoras a jato de tinta compreendendo a) um veículo líquido; b) um pigmento colorido e c) um dispersante tendo a fórmula:



- 10 em que AC é um componente de acoplamento azo e D é um componente diazo compreendendo pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos um grupo iônico ou grupo ionizável. De preferência, a composição de tinta para impressoras a jato de tinta.

- 15 Deve ser compreendido que a descrição geral precedente e a descrição detalhada seguinte são exemplificativas e explanatórias apenas e são destinadas a proporcionar explicação adicional da presente invenção, como reivindicado.

20 DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

A presente invenção se refere a métodos para preparar dispersões aquosas de pigmento colorido e composições de tinta para impressoras a jato de tinta.

- 25 O método da presente invenção compreende a etapa de combinação de a) um pigmento colorido, b) um acoplador azo, c) uma amina aromática, d) um agente de diazotação e e) um meio aquoso. Cada um desses componentes será descrito em mais detalhes abaixo. Os componentes podem ser combinados em qualquer ordem e sob qualquer condição de modo que uma
30 dispersão aquosa de pigmento colorido resulta. Por exemplo,

o pigmento colorido e o acoplador azo podem ser combinados, em um meio seco ou líquido, para formar um pigmento colorido pré-tratado, que é substancialmente combinado com a amina aromática e o agente de diazotação, de preferência, em um meio aquoso. Também, a amina aromática e o agente de diazotação podem ser combinados em um meio líquido, de preferência, um meio aquoso, para formar um sal de diazônio. Este pode, então, ser combinado, em qualquer ordem, com o pigmento colorido e /ou acoplador azo ou uma
5
10 combinação do pigmento colorido e do acoplador azo, como descrita acima, para formar uma dispersão de pigmento colorido. Outras combinações também são possíveis.

Como discutido previamente, métodos da técnica anterior para preparar dispersões de pigmento colorido, tipicamente, têm envolvido a formação de um dispersante, freqüentemente, tendo características estruturais similares ao corante do pigmento colorido. Esses dispersantes são formados pela combinação de um sal de diazônio, preparado de uma amina aromática e um agente de diazotação, com um
15
20 acoplador azo. O material resultante é, então, adicionado ao pigmento colorido para formar a dispersão final. Desse modo, o dispersante para o pigmento colorido é formado independentemente do próprio pigmento colorido. Contrário aos métodos da técnica anterior, em uma concretização preferida do método da presente invenção, tem sido
25
30 verificado, surpreendentemente, que um acoplador azo e sal de diazônio, formado pela reação de uma amina aromática e um agente de diazotação, podem ser combinados na presença de um pigmento colorido, resultando na formação de uma dispersão de pigmento colorido. Isso pode ser considerado

como um método in situ de formação de uma dispersão de pigmento colorido. Surpreendentemente, não há interferência do pigmento colorido com a reação desses materiais. Por exemplo, será esperado que o acoplador azo tenha uma alta
5 afinidade com a superfície do pigmento colorido e, portanto, adsorverá para a superfície, tornando-o indisponível para reação com um sal de diazônio. Alternativamente, tem sido mostrado que os sais de diazônio reagem com os pigmentos coloridos, e, portanto, poderia ser
10 esperado que o pigmento colorido venha a competir com o acoplador azo, interferindo na reação. Outros problemas potenciais poderiam ser antecipados, tais como a formação de subprodutos indesejados, bem como efeitos da solubilidade e do pH. Contudo, apesar desses problemas
15 potenciais, foi verificado que o método in situ da presente invenção pode ser usado para preparar com sucesso dispersões estáveis de pigmento colorido.

Quando o pigmento colorido e o acoplador azo são combinados para formar um pigmento colorido pré-tratado, o
20 pigmento colorido pré-tratado resultante pode estar na forma líquida ou seca. Desse modo, por exemplo, um pigmento colorido pré-tratado pode ser preparado através da combinação de um acoplador azo e um pigmento colorido em um meio líquido, de preferência, um meio aquoso. A forma
25 líquida, então, pode ser seca para formar um sólido de pigmento colorido pré-tratado. O pigmento colorido pré-tratado, quer na forma líquido, quer na forma seca, pode, então, ser combinado com a amina aromática e o agente de diazotação. O pigmento colorido seco pré-tratado pode estar
30 em qualquer forma, tal como, por exemplo, um pó, uma torta

prensada, um grânulo ou uma pelota.

Além disso, o pigmento colorido pode compreender o acoplador azo. Por exemplo, se o acoplador azo for um reagente usado durante a preparação do pigmento colorido e
5 for usado em excesso, o pigmento colorido resultante compreenderá corante e acoplador azo. Foi verificado que esse tipo de pigmento colorido, quer na forma líquida ou na seca, é particularmente útil no método da presente invenção. Nesse caso, foi verificado que a etapa de adição
10 de acoplador azo pode ser opcional.

Como mencionado acima, os componentes usados no método da presente invenção podem ser combinados sob quaisquer condições que resultem em uma dispersão aquosa de pigmento colorido. De preferência, os componentes são combinados em
15 uma temperatura entre cerca de -10 e cerca de 50 graus C, mais preferivelmente entre cerca de 0 e cerca de 25 graus C e, mais preferivelmente entre cerca de 0 e cerca de 10 graus C. Foi verificado que a combinação dos componentes dentro dessas faixas de temperatura produz dispersões
20 aquosas de pigmento colorido eficientemente e com produtos colaterais mínimos.

Também é preferido que os componentes sejam combinados sob condições de mistura em que o cisalhamento ou uma ação de moagem também são aplicados à mistura. Essa ação de
25 cisalhamento ou moagem aplicada ajuda a assegurar que os componentes são misturados intimamente. Uma variedade de tipos de equipamento conhecidos na técnica pode ser usada, incluindo, mas não limitado aos mesmos, moinhos de meios horizontais, moinhos de meios verticais, tais como
30 atritadores, moinhos de esferas, moinhos de martelos,

moinhos de discos de pinos, moinhos de energia fluida, moinhos de jato, moinhos de jato de fluido, moinhos de jatos impingentes, rotores-estatores, pelletizadores, homogenizadores, aparelhos de ultra-som, cavitadores e
5 semelhantes. O mesmo vaso também pode ser usado por todo o método da presente invenção.

O pigmento colorido usado no método da presente invenção pode ser escolhido de uma ampla faixa de pigmentos coloridos convencionais. O pigmento colorido pode ser azul,
10 preto, marrom, ciano, verde, branco, violeta magenta, vermelho, laranja ou amarelo, bem como suas misturas. Misturas de pigmentos também podem ser usadas. Classes adequadas de pigmentos coloridos incluem, por exemplo, diazos, monoazos e amarelos azo heterocíclicos (incluindo
15 pigmentos da condensação de diazos e diarilídeos) e naftol-AS's. Exemplos representativos de amarelos azo incluem Pigmento Amarelo 1, Pigmento Amarelo 3, Pigmento Amarelo 12, Pigmento Amarelo 13, Pigmento Amarelo 14, Pigmento Amarelo 17, Pigmento Amarelo 65, Pigmento Amarelo 73,
20 Pigmento Amarelo 74, Pigmento Amarelo 151 e Pigmento Amarelo 128. Exemplos representativos de naftol-AS's incluem Pigmento Vermelho 170, Pigmento Vermelho 185, Pigmento Vermelho 187, Pigmento Vermelho 238, Pigmento Vermelho 269, Pigmento Laranja 38 e Pigmento Violeta 25.
25 Esses pigmentos estão disponíveis comercialmente na forma de pó ou de torta prensada de um número de fontes, incluindo BASF Corporation, Engelhard Corporation e Sun Chemical Corporation. Exemplos de outros pigmentos coloridos adequados são descritos no color Index, 3ª edição
30 (The Society of Dyers and Colourists, 1982).

O pigmento colorido pode ter uma ampla faixa de áreas de superfície de BET, conforme medido por adsorção de nitrogênio e, portanto, uma ampla faixa de tamanhos de partículas. É preferido ter um pigmento colorido tendo um tamanho de partícula pequeno a fim de preparar dispersões de pigmento colorido, tendo propriedades globais desejáveis, tais como estabilidade. Se o pigmento colorido de tamanho de partícula menor preferido (e, portanto, a área de superfície maior) não estiver disponível prontamente, será reconhecido por aqueles habilitados na técnica que o pigmento colorido pode ser submetido às técnicas convencionais de fragmentação ou redução, como moagem de esferas ou de jato, para reduzir o pigmento até o tamanho de partícula desejado antes do uso no método descrito aqui.

O azo acoplador usado no método da presente invenção é um material capaz de reagir para formar um composto azo. A reação de acopladores azo são bem conhecidas na técnica. Em geral, um acoplador azo reage com um reagente de diazônio para formar um composto azo, que é um material tendo uma funcionalidade $-N=N-$. Exemplos de acopladores azo que podem ser usados no método da presente invenção incluem, mas não estão limitados aos mesmos, compostos de 1,3-dicarbonila, tais como acetoacetamidas, incluindo (acetoacetamido)benzimidazolonas e ésteres acetoacéticos; compostos aromáticos ricos em elétrons, tais como fenóis e hidroxinaftalenos; ácido barbitúrico e derivados do ácido barbitúrico; e compostos heteroaromáticos ricos em elétrons, como hidroxipiridonas e pirazolonas.

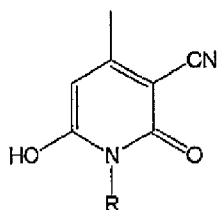
É preferido que o acoplador azo seja estruturalmente

similar ao pigmento colorido usado. Em particular, é preferido que o acoplador azo seja estruturalmente similar ou idêntico ao acoplador azo usado para preparar o pigmento colorido. Dessa maneira, o acoplador azo e quaisquer
 5 produtos da reação associados resultantes do método descrito aqui, terá uma alta afinidade com o pigmento colorido e pode, portanto, interagir mais fortemente com o pigmento colorido, para produzir uma dispersão de pigmento colorido tendo propriedades globais desejáveis.

10 Assim, por exemplo, o acoplador azo pode compreender um grupo acetoacetamida, tal como acetoacet-o-anisidida. Esse tipo de acoplador azo é usado, de preferência, com um pigmento diazo ou monoazo também compreendendo um grupo acetoacetamida. Exemplos incluem, mas não estão limitados
 15 aos mesmos, pigmentos amarelos, tais como Pigmento Amarelo 74, Pigmento Amarelo 65 e Pigmento Amarelo 73.

O acoplador azo também pode compreender um grupo hidroxipiridona. Por exemplo, o acoplador azo pode ser uma hidroxipiridona tendo a estrutura geral;

20



em que R é um hidrogênio, um grupo alquila substituído
 25 ou não substituído, saturado ou insaturado, um grupo aromático substituído ou não substituído ou um grupo heteroaromático substituído ou não substituído. De preferência, R é H, um grupo metila ou um grupo etila. Esse tipo de acoplador azo é usado, de preferência, com um
 30 pigmento diazo ou monoazo, também compreendendo um grupo

hidroxipiridona. Exemplos incluem, mas não estão limitados aos mesmos, pigmentos amarelo ou laranja Pigmento Amarelo 201 e Amarelo Disperso 241.

O acoplador azo também pode compreender um grupo ácido hidroxinaftaleno. Por exemplo, o acoplador azo também pode ser um derivado do ácido 2-hidroxinaftaleno-3-carboxílico. Exemplos incluem amidos de ácido 2-hidroxinaftaleno-3-carboxílico, tais como naftol AS, naftol AS-PH, naftol AS-OL, naftol AS-KB, naftol AS-LC, naftol AS-BG, naftol AS-BO, 10 naftol AS-BS, naftol AS-CA, naftol AS-D e naftol AS-ITR. Esse tipo de acoplador azo é usado, de preferência, com pigmentos de naftol-AS, que também compreendem um grupo hidroxinaftaleno. Exemplos incluem, mas não estão limitados aos mesmos, pigmentos vermelho, magenta ou violeta, tais 15 como Pigmento Vermelho 170, Pigmento Vermelho 185, Pigmento Vermelho 238, Pigmento Vermelho 269, Pigmento Laranja 38 e Pigmento Violeta 25.

Uma amina aromática também é usada no método da presente invenção. De preferência, a amina aromática 20 compreende pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos um grupo iônico e pelo menos um grupo ionizável. Um grupo iônico é aniônico ou catiônico e está associado com um contraíon da carga oposta, incluindo contraíons inorgânicos ou orgânicos, tais 25 como Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , acetato de NR'_4^+ , NO_3^- , SO_4^{2-} , $\text{R}'\text{SO}_3^-$, $\text{R}'\text{OSO}_3^-$, OH^- e Cl^- , onde R' representa hidrogênio ou um grupo orgânico, tal como uma arila substituída ou não substituída e/ ou um grupo alquila. Um grupo ionizável é um que é capaz de formar um grupo iônico no meio de uso. 30 Grupos anionizáveis formam ânions e grupos cationizáveis

formam cátions. Grupos iônicos orgânicos incluem aqueles descritos na patente norte-americana No. 5.698.016, cuja descrição é aqui incorporada completamente através de referência.

5 O grupo iônico ou ionizável pode ser um grupo aniônico ou anionizável. Grupos aniônicos são grupos iônicos carregados negativamente, que podem ser gerados de grupos tendo substituintes ionizáveis que podem formar anions (grupos anionizáveis), tais como substituintes ácidos. Eles
10 também podem ser o ânion nos sais de substituintes ionizáveis. Exemplos representativos de grupos aniônicos incluem -COO^- , -SO_3^- , -OSO_3^- , -HPO_3^- , -OPO_3^{-2} e -PO_3^{-2} . Exemplos representativos de grupos anionizáveis incluem -COOH , $\text{-SO}_3\text{H}$, PO_3H_2 , -R'SH , -R'SH , -R'OH e $\text{-SO}_2\text{NHCOR'}$, onde
15 R' representa hidrogênio ou um grupo orgânico, tal como um grupo arila substituída ou não substituída e/ou um grupo alquila. De preferência, a amina aromática compreende pelo menos um grupo ácido sulfônico, um grupo ácido carboxílico ou seus sais.

20 O grupo iônico ou ionizável também pode ser um grupo catiônico ou cationizável. Grupos catiônicos são grupos iônicos orgânicos carregados positivamente, que podem ser gerados de substituintes ionizáveis que podem formar cátions (grupos cationizáveis), tais como aminas
25 protonadas. Por exemplo, alquil ou aril aminas podem ser protonadas em meio ácido para formar grupos amônio $\text{-NR'}_2\text{H}^+$, onde R' representa um grupo orgânico, tal como um grupo arila substituída ou não substituída e/ou um grupo alquila. Grupos catiônicos também podem ser grupos iônicos orgânicos
30 carregados positivamente. Exemplos incluem grupos amônio

quaternário ($-NR'_3^+$) e grupos fosfônio quaternário ($-PR'_3^+$).
 Aqui, R' representa hidrogênio ou um grupo orgânico, tal
 como um grupo arila substituída ou não substituída e/ou um
 grupo alquila. De preferência, a amina aromática compreende
 5 pelo menos um grupo amina ou um sal do mesmo ou pelo menos
 um grupo amônio quaternário.

A amina aromática pode ainda ser substituída por um ou
 mais grupos funcionais. Exemplos de grupos funcionais
 incluem, mas não estão limitados aos mesmos, R'' , OR'' , COR'' ,
 10 $COOR''$, $OCOR''$, carboxilatos, halogênios, CN , NR''_2 , SO_3H ,
 sulfonatos, sulfatos, $NR''(COR'')$, $CONR''_2$, NO_2 , PO_3H_2 ,
 fosfonatos, fosfatos, $N=NR''$, SOR'' , NSO_2R'' , em que R'' , que
 pode ser o mesmo ou diferente, é, independentemente,
 hidrogênio, C_1-C_{20} ramificado ou não ramificado,
 15 hidrocarbonetos substituídos ou não substituídos, saturados
 ou insaturados, por exemplo, alquila, alquenila, alquinila,
 arila substituída ou não substituída, heteroarila
 substituída ou não substituída, alcarila substituída ou não
 substituída ou aralquila substituída ou não substituída. De
 20 preferência, a amina aromática é ácido p-aminobenzóico ou
 ácido sulfanílico.

Um agente de diazotação também é combinado no método
 da presente invenção. Um agente de diazotação é qualquer
 reagente que reage com um grupo amina para formar um sal de
 25 diazônio. Exemplos incluem ácido nitroso e sais de nitrito.
 De preferência, o agente de diazotação é um sal tendo um
 contraíon de nitrito tal como nitrito de sódio, nitrito de
 potássio ou nitrito de cálcio. O agente de diazotação
 também pode ser a amina aromática compreendendo um grupo
 30 catiônico, tal como um grupo amônio quaternário, em que o

contraíon do grupo amônio quaternário é um nitrito.

O meio aquoso usado no método da presente invenção é qualquer meio contendo água. Desse modo, o meio aquoso pode ser, por exemplo, água ou misturas de água com solventes miscíveis em água, tais como álcoois. De preferência, o veículo aquoso é água. O meio aquoso pode ser de qualquer pH, mas, de preferência, ácido. Desse modo, ácido pode ser adicionado, de preferência, ao meio aquoso a fim de formar um meio aquoso de pH baixo.

As quantidades de cada componente podem ser variadas a fim de obter uma dispersão de pigmento colorido, tendo propriedades globais desejáveis. Assim, a quantidade de acoplador azo é, de preferência, cerca de 0,05 - 10%, mais preferivelmente, cerca de 0,1 - 5% e, mais preferivelmente cerca de 1-5% com base no peso total de pigmento colorido. A quantidade de amina aromática é, em geral, maior ou igual a um equivalente molar com base na quantidade de um acoplador azo. De preferência, a amina aromática é usada até um excesso molar de cerca de 50%. O agente de diazotação é usado, de preferência, na mesma quantidade molar que a amina aromática. A quantidade de pigmento colorido é, de preferência, cerca de 0,5 - 50%, mais preferivelmente, cerca de 1 - 20% e, mais preferivelmente, cerca de 1- 5% em peso, com base no peso total de dispersão de pigmento colorido.

Em uma concretização preferida do método da presente invenção, o acoplador azo, a amina aromática e o agente de diazotação reagem para formar um dispersante tendo a fórmula geral:

em que AC é um componente de acoplamento azo e D é um componente diazo compreendendo pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo um grupo iônico ou grupo ionizável. Os grupos iônicos ou ionizáveis podem ser qualquer um daqueles descritos acima para a amina aromática. O grupo D pode ser ainda substituído pelos mesmos grupos descritos para a amina aromática acima. O grupo AC pode compreender os mesmos grupos como descrito acima para o acoplador azo. Desse modo, por exemplo, o grupo AC pode compreender um grupo acetoacetamida, um grupo hidroxipiridona, um grupo pirazolona ou um grupo hidroxinaftaleno, como descrito acima.

As dispersões de pigmentos coloridos preparadas pelo método da presente invenção podem ser purificadas por lavagem, tal como por filtração, centrifugação ou uma combinação dos dois métodos, para remover materiais brutos não reagidos, sais de subprodutos e outras impurezas da reação. Os produtos também podem ser isolados, por exemplo, por evaporação ou podem ser recuperados por filtração e secagem usando técnicas conhecidas por aqueles habilitados na técnica.

As dispersões de pigmentos coloridos também podem ser purificadas ou classificadas para remover impurezas e outras espécies livres indesejáveis que podem co-existir na dispersão como um resultado do processo de fabricação. Por exemplo, a dispersão pode ser purificada para remover quaisquer espécies livres indesejadas, tais como acoplador azo ou amina aromática não reagidos. Técnicas conhecidas de ultrafiltração/ diafiltração usando uma membrana ou troca

de íons podem ser usadas para purificar a dispersão e remover uma quantidade substancial de espécies iônicas livres e indesejadas. Uma etapa opcional de troca de contraíons também podem ocorrer no processo de purificação pelo que os contraíons que fazem parte do pigmento modificado são permutados ou substituídos por contraíons alternativos (incluindo, por exemplo, íons anfifílicos) utilizando técnicas conhecidas de troca de íons, tais como ultrafiltração, osmose reversa, colunas de troca de íons e semelhantes. Exemplos particulares de contraíons que podem ser trocados incluem, mas não estão limitados aos mesmos, Na^+ , K^+ , Li^+ , NH_4^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , NO_3^- , NO_2^- , acetato e Br^- .

As dispersões de pigmentos coloridos podem ser formadas com um mínimo de componentes adicionais (aditivos e/ ou cosolventes) e etapas de processamento. Contudo, aditivos, tais como tensoativos e cosolventes também podem ser incluídos.

As dispersões de pigmentos coloridos preparadas pelo método da presente invenção podem ser úteis em uma variedade de aplicações, incluindo, mas não limitado aos mesmos, tintas, revestimentos, plásticos, papel, têxteis e produtos de borracha. Em particular surpreendentemente, tem sido verificado que as dispersões de pigmentos coloridos são eficazes em composições para impressoras a jato de tinta.

Portanto, a presente invenção também se refere a uma composição para impressoras a jato de tinta compreendendo a) um veículo líquido; b) um pigmento colorido; e c) um dispersante tendo a fórmula:

em que AC é um componente de acoplamento azo e D é um componente diazo compreendendo pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos um grupo iônico ou grupo ionizável. Os grupos AC e D são os
5 mesmos que foram descritos acima.

Em geral, uma composição para impressoras a jato de tinta consiste de um veículo, que funciona como um transportador e um corante, tal como uma tintura ou pigmento. Aditivos e/ ou cosolventes podem ser incorporados
10 a fim de ajustar a tinta para obter o desempenho desejado. De preferência, o veículo líquido para as composições de tinta para impressoras a jato de tinta da presente invenção é um veículo aquoso e a composição de tinta para impressoras a jato de tinta é, portanto, uma composição
15 aquosa de tinta para impressoras a jato de tinta. O veículo aquoso pode ser o mesmo que o descrito acima para o método de preparação da dispersão de pigmento colorido.

Os pigmentos coloridos usados nas composições de tinta para impressoras a jato de tinta da presente invenção são
20 os mesmos que os que foram descritos acima e estão presente em uma quantidade eficaz para proporcionar a qualidade de imagem desejada (por exemplo, densidade óptica), sem afetar, prejudicialmente, o desempenho da tinta para impressoras a jato de tinta. Por exemplo, tipicamente, o
25 pigmento colorido estará presente em uma quantidade que oscila de cerca de 0,1% a cerca de 20% com base no peso da tinta. Misturas de pigmentos também podem ser usadas. Além disso, também está dentro das ligações da presente invenção para usar uma formulação contendo um produto de pigmento
30 modificado, como descrito, por exemplo, nas patentes norte-

americanas Nos. 5.630.868, 5.803.959, 5.837.045 e 5.922.118, todas incorporadas em sua totalidade através de referência.

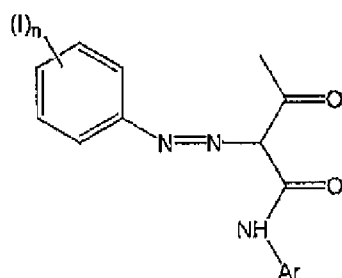
As composições de tinta para impressoras a jato de
5 tinta da presente invenção podem ser formadas com um mínimo de componentes adicionais (aditivos e/ ou cosolventes) e etapas de processamento. Contudo, aditivos adequados também podem ser incorporados nessas composições de tinta para impressoras a jato de tinta para transmitir um número de
10 propriedades desejadas ao mesmo tempo em que mantém a estabilidade das composições. Por exemplo, tensoativos podem ser adicionados para acentuar a estabilidade coloidal da composição. Outros aditivos são bem conhecidos na técnica e incluem umectantes, biocidas, aglutinantes,
15 aceleradores de secagem, penetrantes e semelhantes. A quantidade de um aditivo particular variará, dependendo de uma variedade de fatores, mas, em geral, estão presentes em uma quantidade que oscila entre 0% e 40%.

Adicionalmente, as composições de tinta para
20 impressoras a jato de tinta da presente invenção podem ainda incorporar tinturas para modificar o equilíbrio da cor e ajustar a densidade óptica. Essas tinturas incluem, tinturas para alimentos, tinturas FD&C, tinturas ácidas, tinturas diretas, tinturas reativas, derivados de ácidos
25 ftalocianina sulfônicos, derivados de cobre ftalocianina, sais de sódio, sais de amônio, sais de potássio, sais de lítio e semelhantes.

O dispersante pode ser preparado por qualquer método conhecido na técnica, mas é preparado, de preferência,
30 usando o método descrito acima. Desse modo, um método

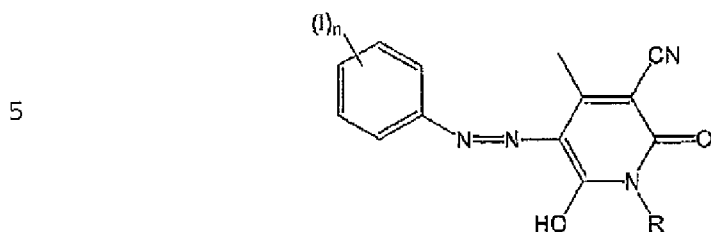
preferido para preparar esse dispersante é combinar um acoplador azo, uma amina aromática compreendendo pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos um grupo iônico ou ionizável e um agente de diazotação em um meio aquoso na presença de um pigmento colorido. Contudo, métodos da técnica anterior de formação do dispersante também podem ser usados, Desse modo, um sal de diazônio, formado pela reação de uma amina aromática e um agente de diazotação, pode ser combinado com o acoplador azo para formar o dispersante, que pode, então, ser combinado com o pigmento colorido para formar uma dispersão estável que, surpreendentemente, foi verificada ser útil em uma composições de tinta para impressoras a jato de tinta. O acoplador azo, a amina aromática, o agente de diazotação e o meio aquoso são como descrito acima.

Exemplos preferidos de dispersantes tendo a fórmula mostrada incluem aqueles em que o grupo AC compreende um grupo acetoacetamida, um grupo hidroxipiridona, um grupo pirazolona ou um grupo hidroxinaftaleno. Desse modo, por exemplo, um dispersante preferido tem a fórmula:



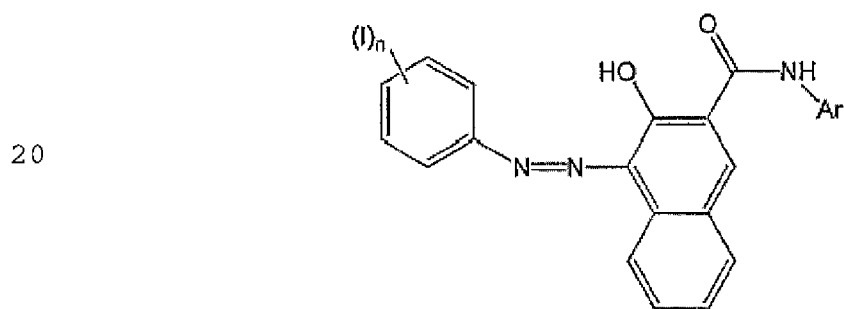
em que n é um inteiro de 1 - 5, I é um grupo iônico ou ionizável e Ar é um grupo aromático substituído ou não substituído. Foi verificado que esse tipo de dispersante é particularmente útil em uma composição de tinta para impressoras a jato de tinta compreendendo um pigmento

colorido também compreendendo um grupo acetoacetamida, como aqueles descritos acima. Outro dispersante preferido tem a fórmula:



em que R é um hidrogênio, um alquila saturada ou insaturada, substituída ou não substituída, um grupo
10 aromático substituído ou não substituído, um grupo heretoaromático substituído ou não substituído e n e I são como descritos acima. Este tipo de dispersante é particularmente útil em composições de tinta para impressoras a jato de tinta compreendendo um pigmento
15 colorido também compreendendo um grupo hidroxipiridona, tal como descrito acima.

Outro dispersante preferido tem formula:



em que n, I e Ar são como descrito acima. Foi
25 verificado que esse tipo de dispersante é particularmente útil em composições de tinta para impressoras a jato de tinta compreendendo um pigmento colorido também compreendendo um grupo hidroxinaftaleno, tal como descrito acima. Outras combinações de pigmentos e dispersantes serão
30 conhecidos por aqueles habilitados na técnica com base na

presente exposição.

As composições de tinta para impressoras a jato de tinta podem ser purificadas e/ ou classificadas usando métodos tais como aqueles descritos acima para dispersões de pigmentos coloridos descritas acima. Dessa maneira, impurezas indesejáveis ou partículas grandes indesejáveis podem ser removidas para produzir uma tinta para impressoras a jato de tinta com boas propriedades globais.

A presente invenção será ainda esclarecida pelos exemplos a seguir, que são destinados a serem apenas exemplificativas em natureza.

EXEMPLOS

Exemplo 1

Um misturador rotor - estator de alto cisalhamento (Silverson L4RT-A) foi adaptado com um béquer de aço inoxidável de 4 litros e foi imerso em um banho de gelo. Aproximadamente 75 g de Pigmento Amarelo 74 e 1000 g de água foram colocados no béquer e a mistura foi homogeneizada durante 15 minutos em 7.200 rpm. A essa foi adicionada uma solução de 2,07 g (0,01 mol) de acetoacet-o-anisidida em 20 ml de isopropanol e a mistura foi agitada por uns 15 minutos adicionais.

Em um vaso separado, 4,35 g (0,025 mol) de ácido sulfanílico foram misturados com 30 ml de HCL 1N e 1,73 g (0,025 mol) de nitrito de sódio a 5 - 10 graus C, formando o sal de diazônio correspondente. Isso foi, então, adicionado à mistura de Pigmento Amarelo 74 e acetoacet-o-anisidida, com agitação. A temperatura foi mantida em aproximadamente 10 graus C. A mistura foi ajustada para um pH de 5 - 6 através da adição gota a gota de uma solução de

hidróxido de sódio a 5M. A mistura foi continuada por umas 2 horas acionais. O progresso da reação foi monitorado pela remoção de porções pequenas da mistura e a adição a essa de uma solução de ácido amino-salicílico a 0,1% em Na_2CO_3 1M para mostrar a ausência de sal de diazônio. Desse modo, uma gota da mistura da reação é colocada em um pedaço de papel de filtro e uma gota da solução de ácido amino-salicílico é colocada em seguida na gota da mistura de reação. Uma cor laranja se formará onde os prolongamentos das duas gotas se tocam para indicar a presença de sal de diazônio na mistura da reação.

A mistura foi transferida para um aparelho de ultra-som de fluxo transversal Telsonic e submetida a ultra-som durante 2 horas, para produzir uma dispersão aquosa de pigmento colorido. A dispersão de pigmento amarelo resultante foi purificada usando uma coluna de membrana de diafiltração de 50 nm e concentrada em teor de sólidos de 10%. O tamanho mediano de partícula da dispersão amarela brilhante era cerca de 170 nm.

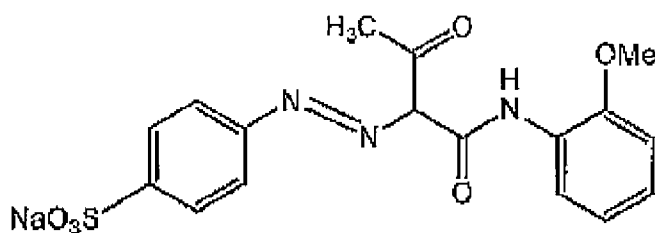
O presente exemplo mostra uma concretização do método da presente invenção em que o pigmento colorido e o acoplador azo são combinados para formar uma dispersão de pigmento colorido pré-tratada. A amina aromática e o agente de diazotação também são combinados um com o outro no meio aquoso. Foi verificado que a dispersão aquosa do pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula. Além disso, a dispersão de pigmento colorido demonstrou ter excelente estabilidade com base em resultados de um teste de ciclo de congelamento - descongelamento de quatro horas (pigmento a 3,5% na

presença de umectante a 20%), bem como em um teste de forno (60 graus C por 1 semana) e, portanto, poderia ser usada para preparar uma composição de tinta para impressoras a jato de tinta.

5 Exemplo 2

Um misturador rotor - estator de alto cisalhamento (Silverson L4RT-A) foi adaptado com um béquer de aço inoxidável de 4 litros e foi imerso em um banho de gelo. Aproximadamente 75 g de Pigmento Amarelo 74 e 1000 g de
10 água foram colocados no béquer e a mistura foi homogeneizada durante 15 minutos em 7.200 rpm. Uma solução de 3,85 g de Composto I mostrado abaixo (preparado por acoplamento azo do sal de diazônio de ácido sulfanílico com acetoacet-o-anisidida em pH 4,5 - 6,0, usando uma proporção
15 molar de 1:1 de sal de diazônio para acoplador azo) em 200 ml de água foi então adicionado.

20



Composto 1

A mistura foi agitada por umas 2 horas adicionais.

A mistura foi transferida para um aparelho de ultra-
25 som de fluxo transversal Telsonic e submetida a ultra-som durante 2 horas, para produzir uma dispersão aquosa de pigmento colorido. A dispersão de pigmento amarelo resultante foi purificada usando uma coluna de membrana de diafiltração de 50 nm e concentrada em teor de sólidos de
30 10%. O tamanho mediano de partícula da dispersão amarela

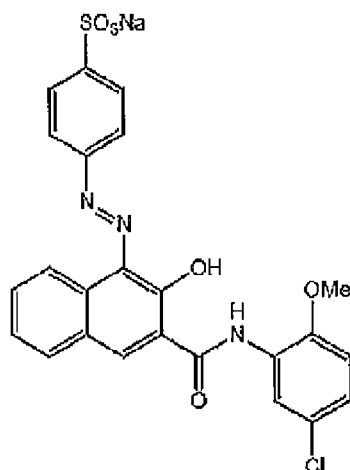
brilhante era cerca de 150 nm.

O presente exemplo mostra uma concretização do método da presente invenção em que o acoplador azo, a amina aromática e o agente de diazotação reagem em um meio aquoso para formar um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula. Além disso, foi mostrado que essa dispersão de pigmento colorido tem excelente estabilidade com base nos resultados de um teste de ciclo de congelamento - descongelamento de quatro horas (pigmento a 3,5% na presença de umectante a 20%) bem como em um teste de forno (60 graus C durante 1 semana) e, portanto, poderia ser usada para preparar uma composição de tinta para impressoras a jato de tinta. Desse modo, este exemplo ainda mostra uma concretização da composição de tinta para impressoras a jato de tinta da presente invenção compreendendo um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC.

Exemplo 3

O composto 2, mostrado abaixo, foi preparado usando o seguinte procedimento. Ácido sulfanílico (0,1 mol) foi diazotizado através de adições consecutivas de 125 ml de HCl a 1N e 50 ml de uma solução de nitrito de sódio a 2M em 0-5 graus C. A suspensão resultante de sal de diazônio foi adicionada a uma solução a 0,1 M de Naftol AS-CA (2 metoxi-5-cloroanilida de ácido 2-hidroxí-3-naftóico) em 100 ml, de NaOH a 1M misturado com 300 g de gelo. O acoplamento foi conduzido em pH 5-6, que foi mantido através de adição gradual de 50 g de acetato de sódio sólido.

5



Composto 2

10 O composto 2, formado na reação, foi isolado por centrifugação e recristalizado de isopropanol/ água (1/1).

O composto 2 (0,2 g) foi dissolvido em 500 ml de água quente e a solução foi resfriada até 25-30 graus C. Aproximadamente 4 g de Pigmento Vermelho 269 (Vermelho
 15 Solar Brilhante 435-4438, disponível de Sun Chemicals Corporation, Cincinnati, OH) foram adicionados e a mistura homogeneizada em um misturador rotor-estator Silverson durante 30 minutos. A dispersão castanho avermelhado resultante dói submetida a ultra-som durante 45 minutos,
 20 usando uma sonda de imersão, dando uma dispersão de pigmento colorido tendo tamanho mediano de partícula de 250 nm, que foi verificado ser uma dispersão estável.

Este exemplo mostra uma concretização do método da presente invenção em que o acoplador azo, a amina aromática
 25 e o agente de diazotação reagem em um meio aquoso para formar um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula. Além disso, essa dispersão de
 30 pigmento colorido mostrou ter excelente estabilidade com

base em resultados de um teste de congelamento - descongelamento de 4 horas (pigmento a 3,5% na presença de umectante a 20%), bem como em um teste de forno (60 graus C por 1 semana) e, portanto, poderia ser usada para preparar
5 uma composição de tinta para impressoras a jato de tinta. Desse modo, este exemplo ainda mostra uma concretização da composição de tinta para impressoras a jato de tinta da presente invenção compreendendo um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC.

10 Exemplo 4

Uma mistura de 75 g de Pigmento Amarelo 74, 2,07 g (0,01 mol) de acetoacet-o-anisidida, 1,73 g (0,01 mol) de ácido sulfanílico e 750 ml de água DI foi homogeneizada durante 30 minutos, usando um misturador rotor - estator
15 Silverson. A mistura foi, então, colocada em um banho de gelo e a homogeneização foi continuada por outros 30 minutos, durante cujo tempo a temperatura caiu para 5 graus C. Uma solução de 0,7 g (0,011 mol) de nitrito de sódio em 50 ml de água foi adicionada de uma vez e a agitação foi
20 continuada por outras 3 horas. O pH da mistura foi mantido entre 4,5 e 6 através da adição gota a gota de uma solução a 4M de acetato de sódio.

Após 3 horas de agitação, a mistura foi testada para assegurar que nenhum sal de diazônio permanecia, usando o
25 método descrito no Exemplo 1. Nesse momento, o tamanho mediano de partícula da dispersão de pigmento colorido foi cerca de 400 nm. A mistura foi transferida para um aparelho de ultra-som de fluxo transversal Telsonic e submetido a ultra-som durante 2 horas, fazendo tamanho da partícula
30 descer até 170 nm. A dispersão foi, então, diafiltrada para

remover sais inorgânicos e concentrada em sólidos a 10%. A dispersão de pigmento colorido resultante mostrou excelente estabilidade em armazenamento.

Exemplo 5

5 Uma mistura de 75 g de Pigmento Amarelo e 750 ml de água DI foi homogeneizada durante 30 minutos, usando um misturador rotator - estator Silverson. Uma solução de 2,07 g (0,01 mol) de acetoacet-o-anisidida em 50 ml de isopropanol foi adicionada de uma vez e a agitação foi
10 continuada durante 20 minutos. Isso resultou na formação de uma dispersão de pigmento colorido pré-tratada, que foi, então, colocada em um banho de gelo e homogeneizada durante outros 30 minutos, durante cujo tempo a temperatura caiu para 5 graus C.

15 Em um vaso separado, 0,01 mol de ácido sulfanílico foi diazotizado através da adição consecutiva de 12,5 ml de HCL a 1N e 5 ml de solução de nitrito de sódio a 2M em 0 - 5 graus C, formando o sal de diazônio correspondente. Isso foi, então, adicionado de uma vez à dispersão de pigmento
20 colorido pré-tratada e a agitação foi continuada por outras três horas. O pH da mistura foi mantido entre 4,5 e 6 por meio da adição gota a gota de uma solução a 10M de acetato de sódio.

Após 3 horas de agitação, a mistura foi testada, para
25 assegurar que nenhum sal de diazônio permaneceu, usando o método descrito no Exemplo 1. Nesse momento, o tamanho mediano de partícula foi cerca de 400 nm. A mistura foi transferida para um aparelho de ultra-som de fluxo transversal Telsonic e submetido a ultra-som durante 2
30 horas, fazendo tamanho da partícula descer até 170 nm. A

dispersão foi, então, diafiltrada para remover sais inorgânicos e concentrada em sólidos a 10%. A dispersão de pigmento colorido resultante mostrou excelente estabilidade em armazenamento.

5 O presente exemplo mostra uma concretização do método da presente invenção em que o pigmento colorido e o acoplador azo são combinados para formar uma dispersão de pigmento colorido pré-tratada. A amina aromática e o agente de diazotação também são combinados um com o outro no meio
10 aquoso. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula. Além disso, a dispersão de pigmento colorido demonstrou ter excelente estabilidade com base em resultados de um teste de ciclo de congelamento -
15 descongelamento de quatro horas (pigmento a 3,5% na presença de umectante a 20%), bem como em um teste de forno (60 graus C por 1 semana) e, portanto, poderia ser usada para preparar uma composição de tinta para impressoras a jato de tinta.

20 Exemplo 6

15,96 g (0,095 mol) de 4-nitro-2-anisidina foram misturados com 50 ml de água, seguida por 21 ml de 96% de ácido sulfúrico, em um béquer de 500 ml. A mistura foi agitada até que mais nenhuma 4-nitro-2-anisidina não
25 dissolvida fosse visível (aproximadamente uma hora). A solução foi resfriada para 0-5 graus C e uma solução de 6,9 g (0,1 mol) de nitrito de sódio em 50 ml de água foi adicionada lentamente. A mistura foi agitada por 30 minutos em 0-5 graus C e sal de diazônio em excesso foi destruído
30 pela adição de 1,0 g de ácido sulfâmico. A solução de sal

de diazônio foi adicionado a uma pasta de 20,7 g (0,1 mol) de acetoacet-o-anisidida em 500 ml de uma mistura de gelo - água em pH de 4,5-6,0, que foi mantida através da adição de acetato de sódio sólido. O pigmento colorido resultante foi
5 filtrado lavado com água quente para dar um pigmento colorido compreendendo um acoplador azo (a torta prensada continha 95% de Pigmento Amarelo 74 e 5% de acetoacet-o-anisidida).

A torta prensada obtida foi dispersa em 500 ml de água
10 usando um misturador rotor-estator de Silverson. O resfriamento externo foi aplicado para trazer a temperatura da pasta de pigmento para 0-5 graus C. Uma dispersão de sal de 4-sulfonatofenildiazônio (preparado de 0,01 mol de ácido sulfanílico, 0,012 mol de HCl e 0,01 mol de nitrito de
15 sódio em 5 ml de água) foi adicionada de uma vez à pasta de pigmento e o pH foi trazido para 4,5-6 pela adição de Solução a 4M de acetato de sódio.

Após 2 horas de agitação em 0-5 graus C, a mistura foi testada para assegurar que nenhum sal de diazônio
20 permaneceu, usando o método descrito no Exemplo 1. Nesse momento, o tamanho mediano de partícula da dispersão de pigmento colorido era cerca de 400 nm. A mistura foi transferida para um aparelho de ultra-som de fluxo transversal Telsonic e submetida a ultra-som por 2 horas,
25 fazendo o tamanho de partícula descer para 160 nm. A dispersão foi, então, diafiltrada para remover sais inorgânicos e concentrada para 10% de sólidos. A dispersão de pigmento colorido resultante mostrou excelente estabilidade com o armazenamento.

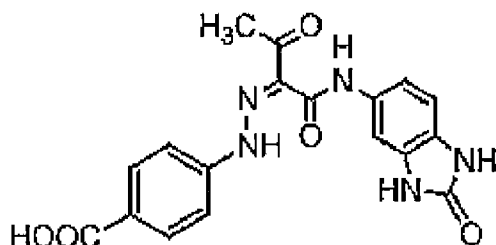
30 Este exemplo mostra uma concretização do método da

presente invenção em que o pigmento colorido compreende o acoplador azo. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula. Além disso, essa
 5 dispersão de pigmento colorido demonstrou ter excelente estabilidade com base nos resultados de um teste de ciclo de congelamento - descongelamento de quatro horas (pigmento a 3,5% na presença de umectante a 20%), bem como em um teste de forno (60 graus C por 1 semana) e, portanto,
 10 poderia ser usada para preparar uma composição de tinta para impressoras a jato de tinta.

Exemplo 7

O composto 3, mostrado abaixo, foi preparado, usando o seguinte procedimento. Ácido p-Aminobenzóico (0,1 mol) foi
 15 diazotizado através de adições consecutivas de 125 ml de HCl a 1N e 50 ml de uma solução de nitrito de sódio a 2M, em 0,5 graus C. A suspensão resultante de sal de diazônio foi adicionada a uma solução de 0,1 mol de 5-(acetoacetamido)benzimidazolona em 120 ml de NaOH a 1M
 20 misturada com 300 g de gelo. O acoplamento foi conduzido em pH 5-6, que foi mantido através da adição gradual de 50 g de acetato de sódio sólido.

25



Composto 3

O Composto 3, formado na reação, foi isolado por
 30 centrifugação e recristalizado de isopropanol/ água (1/1).

O composto 3 (3,81 g; 0,01 mol) foi dissolvido em uma mistura de 500 mL de água quente e 10 mL de NaOH a 1N e a solução foi resfriada ate 25 - 30 graus C. Aproximadamente 40 g de Pigmento Amarelo 180 (Toner Amarelo HG, disponível de Clariant Corporation, Coventry, RI) foram adicionados e a mistura homogeneizada em um misturador rotor-estator Silverson durante 30 minutos. A dispersão amarela resultante foi submetida a ultra-som durante 45 minutos, usando um aparelho de ultra-som de fluxo transversal, dando uma dispersão de pigmento colorido tendo tamanho mediano de partícula de 221 nm, a qual foi verificado ser uma dispersão estável.

Este exemplo mostra uma concretização do método da presente invenção em que o acoplador azo, a amina aromática e o agente de diazotação reagem em um meio aquoso para formar um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula.

20 Exemplo 8

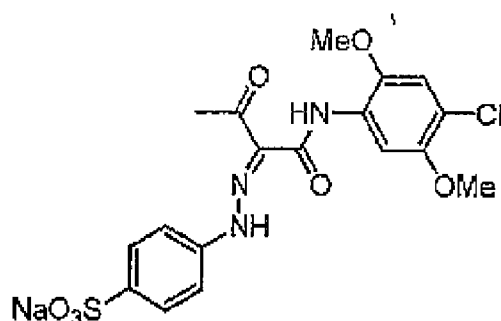
O composto 3 (3,81 g ; 0.01 mol), preparado como descrito no Exemplo 7 acima, foi dissolvido na mistura de 500 ml de água quente e 10 ml de NaOH a 1 N e a solução foi resfriada para 25-30 graus. Aproximadamente 40 g de Pigmento Vermelho 185 (Novoperm Carmine HF4C, disponível de Clariant Corporation, Coventry, RI) foram adicionados e a mistura homogeneizada em um misturador rotor-estator Silverson durante 30 minutos. A dispersão vermelha resultante foi submetida a ultra-som durante 45 minutos, usando um aparelho de ultra-som de fluxo transversal, dando

uma dispersão de pigmento colorido, tendo tamanho mediano de partícula de 223 nm, a qual foi verificado ser uma dispersão estável.

Este exemplo mostra uma concretização do método da presente invenção em que o acoplador azo, a amina aromática e o agente de diazotação reagem em um meio aquoso para formar um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom tamanho de partícula.

Exemplo 9

O composto 4 abaixo foi preparado usando o seguinte procedimento. Ácido sulfanílico (0,1 mol) foi diazotizado através de adições consecutivas de 125 ml de HCl a 1N e 50 ml de uma solução de nitrito de sódio a 2M em 0-5 graus C. A suspensão resultante de sal de diazônio foi adicionada a uma solução de 0,1 mol de N-(acetoacetil)-2,5-dimetoxi-4-cloroanilina (Naftol AS-IRG) em 120 ml de NaOH a 1M misturada com 300 g de gelo. O acoplamento foi conduzido em pH 5-6, que foi mantido através da adição gradual de 50 g de acetato de sódio sólido.



Composto 4

O composto 4, formado na reação, foi isolado através de centrifugação e recristalizado de isopropanol/ água

(1/1).

Uma batelada de torta prensada de Pigmento Amarelo 97 foi preparada pelo método a seguir. 2,5-Dimetoxi-4-anilidosulfonilanilina (0,1 mol) foi transformado em pasta
5 com 220 ml de ácido clorídrico a 1 N e foi diazotizado através da adição de 0,1 mol de uma solução de nitrito de sódio. O sal de diazônio resultante foi adicionado, gradualmente, a uma dispersão fina de 0,1 mol de N-(acetoacetil)-2,5-dimetoxi-4-cloroanilina (Naftol AS-IRG).
10 Durante a adição, o pH foi mantido em 4,5-6,5 através da adição de acetato de sódio sólido. A pasta resultante de Pigmento Amarelo 97 foi filtrada e a torta prensada foi lavada com água até que a condutividade do filtrado alcançou 200 microsiemens.

15 A torta prensada de pigmento úmida foi combinada com 1 litro de água DI e 4,0 g do Composto 4 e a mistura homogeneizada em um misturador rotor-estator Silverson durante 30 minutos. A dispersão amarela resultante foi submetida a ultra-som durante 45 minutos, usando um
20 aparelho de ultra-som de fluxo transversal, dando uma dispersão de pigmento colorido tendo tamanho mediano de partícula de 241 nm, a qual foi verificado ser uma dispersão estável.

Este exemplo mostra uma concretização do método da
25 presente invenção em que o acoplador azo, a amina aromática e o agente de diazotação reagem em um meio aquoso para formar um dispersante tendo a fórmula $D-N=N-AC$. Foi verificado que a dispersão aquosa de pigmento colorido resultante tem boas propriedades e, em particular, bom
30 tamanho de partícula.

REIVINDICAÇÕES

1. Método para preparar uma dispersão aquosa de pigmento colorido **caracterizado** por compreender as etapas de a) combinar um pigmento colorido e um acoplador azo para
5 formar um pigmento colorido pré-tratado, e b) combinar, em qualquer ordem, o pigmento colorido pré-tratado, uma amina aromática, um agente diazotizante e um meio aquoso, em que a amina aromática compreende pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos
10 um grupo iônico e pelo menos um grupo ionizável

2. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do pigmento colorido pré-tratado estar na forma de líquido.

3. Método, de acordo com a reivindicação 1,
15 **caracterizado** pelo fato do pigmento colorido pré-tratado estar em uma forma seca.

4. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do pigmento colorido pré-tratado ser formado em um meio aquoso.

20 5. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da amina aromática e do agente diazotizante serem combinados para formar o reagente diazônio.

6. Método, de acordo com a reivindicação 5,
25 **caracterizado** pelo fato do reagente diazônio ser formado em um meio aquoso.

7. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do pigmento colorido compreender um pigmento azul, um pigmento preto, um pigmento marrom, um
30 pigmento ciano, um pigmento verde, um pigmento branco, um

pigmento violeta, um pigmento magenta, um pigmento vermelho, um pigmento laranja, um pigmento amarelo, ou uma mistura dos mesmos.

8. Método, de acordo com a reivindicação 1,
5 **caracterizado** pelo fato do acoplador azo compreender um grupo acetoacetamida.

9. Método, de acordo com a reivindicação 8,
caracterizado pelo fato do pigmento colorido ser um pigmento diazo ou monoazo.

10 10. Método, de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo fato do acoplador azo compreender um grupo hidroxipiridona.

11. Método, de acordo com a reivindicação 10,
caracterizado pelo fato do pigmento colorido ser um
15 pigmento diazo ou monoazo.

12. Método, de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo fato do acoplador azo compreender um grupo 2-hidroxinaftaleno.

13. Método, de acordo com a reivindicação 12,
20 **caracterizado** pelo fato do pigmento colorido ser um pigmento naftol-AS.

14. Método, de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo fato do acoplador azo compreender um grupo (acetoacetamido)benzimidazolona.

25 15. Método, de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo fato do acoplador azo compreender um grupo pirazolona.

16. Método, de acordo com a reivindicação 1,
caracterizado pelo fato do pigmento colorido compreender o
30 acoplador azo.

17. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da amina aromática compreender pelo menos um dentre $-\text{COO}^-$, $-\text{SO}_3^-$, $-\text{OSO}_3^-$, $-\text{HPO}_3^-$, $-\text{OPO}_3^{-2}$, PO_3^{-2} , amina, ou um grupo amônio.

5 18. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da amina aromática compreender pelo menos um grupo ácido sulfônico, um grupo ácido carboxílico ou um sal dos mesmos.

10 19. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do agente diazotizante ser um nitrito.

20. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do meio aquoso ser água.

15 21. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de ainda compreender a etapa de adicionar um ácido.

22. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato do acoplador azo, da amina aromática e do agente diazotizante reagirem em meio aquoso para formar um dispersante tendo a fórmula D-N=N-AC , em que AC é um componente acoplador azo e D é um componente diazo que compreende pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável, uma mistura de pelo menos um grupo iônico ou um grupo ionizável.

25 23. Método, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato da dispersão aquosa de pigmento colorido ser uma composição de tinta de impressora a jato de tinta.

30 24. Composição de tinta de impressora a jato de tinta **caracterizada** por compreender a) um veículo líquido, b) um

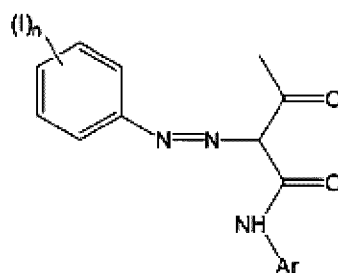
pigmento colorido e c) um dispersante tendo a formula: D-N=N-AC, em que AC é um componente acoplador azo e D é um componente diazo que compreende pelo menos um grupo iônico, pelo menos um grupo ionizável, ou uma mistura de pelo menos um grupo iônico ou um grupo ionizável.

25. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, **caracterizada** pelo fato de D compreender pelo menos um grupo ácido sulfônico, um grupo ácido carboxílico ou um sal dos mesmos.

26. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, **caracterizada** pelo fato de AC compreender um grupo acetoacetamida.

27. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 26, **caracterizada** pelo fato do pigmento colorido ser um pigmento diazo ou um pigmento monoazo.

28. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, **caracterizada** pelo fato do dispersante ter a formula:

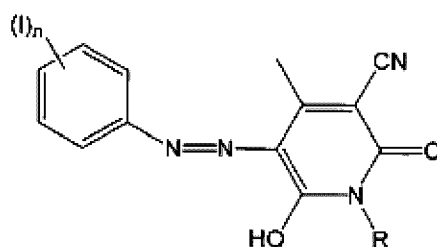


em que I é um grupo iônico ou um grupo ionizável, n é um número inteiro entre 1 e 5; e Ar é um grupo aromático substituído ou não substituído.

29. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, **caracterizada** pelo fato de AC compreender um grupo hidroxipiridona.

30. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 29, caracterizada pelo fato do pigmento colorido ser um pigmento diazo ou um pigmento monoazo.

31. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, caracterizada pelo fato do dispersante ter a fórmula:

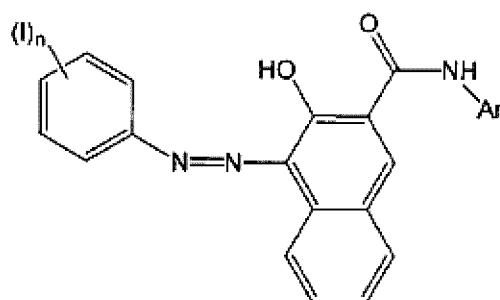


em que I é um grupo iônico ou um grupo ionizável; n é um número inteiro entre 1 e 5; e R é um grupo alquila, saturado ou insaturado, substituído ou não substituído; um grupo aromático substituído ou não substituído; ou um grupo heteroaromático substituído ou não substituído.

32. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, caracterizada pelo fato de AC compreender um grupo 2-hidroxinaftaleno.

33. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 32, caracterizada pelo fato do pigmento colorido ser um pigmento naftol-AS.

34. Composição de tinta de impressora a jato de tinta, de acordo com a reivindicação 24, caracterizada pelo fato do dispersante ter a fórmula:



em que I é um grupo iônico ou um grupo ionizável; n é um número inteiro entre 1 e 5; e Ar é um grupo aromático substituído ou não substituído.

35. Composição de tinta de impressora a jato de
5 tinta, de acordo com a reivindicação 24, **caracterizada** pelo fato da composição de tinta de impressora a jato de tinta ser uma composição de tinta de impressora a jato de tinta aquosa.

**MÉTODO PARA PREPARAR UMA DISPERSÃO AQUOSA DE PIGMENTO
COLORIDO E COMPOSIÇÃO DE TINTA PARA IMPRESSORA A JATO DE
TINTA**

A presente invenção descreve métodos para preparar
5 dispersões aquosas de pigmento colorido compreendendo as
etapas de combinar, em qualquer ordem, a) um pigmento
colorido, b) um acoplador azo, c) uma amina aromática, d)
um agente de diazotação e e) um meio aquoso onde a amina
aromática compreende pelo menos um grupo iônico, pelo menos
10 um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos um grupo
iônico e pelo menos um grupo ionizável. Essas dispersões de
pigmento colorido são particularmente úteis como uma
composição de tinta para impressora a jato de tinta. Também
são conhecidas composições de tinta para impressora a jato
15 de tinta que compreende a) um veículo líquido, b) um
pigmento colorido e c) um dispersante tendo a formula $D-N=N-AC$, onde AC é um componente acoplador azo e D é um
componente diazo compreendendo pelo menos um grupo iônico,
pelo menos um grupo ionizável ou uma mistura de pelo menos
20 um grupo iônico ou um grupo ionizável.